

## Air dan air limbah – Bagian 20: Cara uji sulfat ( $\text{SO}_4^{2-}$ ) secara turbidimetri



© BSN 2009

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang menyalin atau menggandakan sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun dan dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis dari BSN

BSN  
Gd. Manggala Wanabakti  
Blok IV, Lt. 3,4,7,10.  
Telp. +6221-5747043  
Fax. +6221-5747045  
Email: [dokinfo@bsn.go.id](mailto:dokinfo@bsn.go.id)  
[www.bsn.go.id](http://www.bsn.go.id)

Diterbitkan di Jakarta



Daftar isi

Daftar Isi ..... i

Prakata ..... ii

1 Ruang lingkup ..... 1

2 Istilah dan definisi..... 1

3 Cara uji..... 1

4 Pengendalian mutu..... 3

5 Presisi dan bias ..... 4

6 Rekomendasi..... 4

Lampiran A (normatif) Pelaporan..... 5

Lampiran B (informatif) Gangguan ..... 6

Bibliografi ..... 7





## Prakata

Standar Nasional Indonesia (SNI) ini merupakan revisi SNI 06-6989.20-2004, *Air dan air limbah – Bagian 20: Cara uji sulfat ( $\text{SO}_4^{2-}$ ) secara turbidimetri*. SNI ini menggunakan referensi dari metode standar internasional yaitu *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*, 21<sup>st</sup> Edition, editor L.S. Clesceri, A.E. Greenberg, A.D. Eaton, APHA, AWWA and WEF, Washington DC, 2005, 4500- $\text{SO}_4^{2-}$ , *E. Turbidimetric*. SNI ini telah melalui uji coba di laboratorium pengujian dalam rangka validasi dan verifikasi metode serta dikonsensuskan oleh Subpanitia Teknis 13-03-S1, *Kualitas Air* dari Panitia Teknis 13-03, *Kualitas Lingkungan dan Manajemen Lingkungan* dengan para pihak terkait.

SNI ini telah disepakati dan disetujui dalam rapat konsensus dengan peserta rapat yang mewakili produsen, konsumen, ilmuwan, instansi teknis dan pemerintah terkait pada tanggal 29 Oktober 2008 di Serpong, Tangerang – Banten dan telah melalui jajak pendapat pada tanggal 18 Maret 2009 sampai dengan 18 Juni 2009, dengan hasil akhir RASNI.

Dengan ditetapkannya SNI 6989.20:2009 ini, maka penerapan SNI 06-6989.20-2004 dinyatakan tidak berlaku lagi. Pengguna SNI agar dapat meneliti validasi SNI yang terkait dengan metode ini, sehingga dapat selalu menggunakan SNI edisi terakhir.





## Air dan air limbah – Bagian 20: Cara uji sulfat ( $\text{SO}_4^{2-}$ ) secara turbidimetri

### 1 Ruang lingkup

Cara uji ini digunakan untuk penentuan kadar sulfat ( $\text{SO}_4^{2-}$ ) dalam air dan air limbah secara turbidimetri pada kisaran kadar 1 mg/L sampai dengan 40 mg/L dengan tebal kuvet 2,5 cm – 10 cm dan kisaran kadar 5 mg/L sampai dengan 70 mg/L dengan tebal kuvet 1 cm.

### 2 Istilah dan definisi

#### 2.1

##### **air bebas mineral**

air yang diperoleh dengan cara penyulingan atau proses demineralisasi sehingga diperoleh air dengan konduktifitas lebih kecil dari 2  $\mu\text{S}/\text{cm}$

#### 2.2

##### **blind sample**

larutan dengan kadar analit tertentu yang diperlakukan seperti contoh uji

#### 2.3

##### **Certified Reference Material (CRM)**

bahan atau larutan standar bersertifikat yang tertelusur kesistem satuan nasional atau internasional

#### 2.4

##### **kurva kalibrasi**

grafik yang menyatakan hubungan kadar larutan kerja dengan hasil pembacaan serapan atau turbiditas yang merupakan garis lurus

#### 2.5

##### **larutan baku sulfat**

larutan dengan kadar sulfat 100 mg  $\text{SO}_4^{2-}/\text{L}$ , digunakan untuk membuat larutan kerja

#### 2.6

##### **larutan kerja sulfat**

larutan baku sulfat yang diencerkan dengan air bebas mineral, digunakan untuk membuat kurva kalibrasi

#### 2.7

##### **spike matrix**

contoh uji yang diperkaya dengan larutan baku sampai kadar tertentu

### 3 Cara uji

#### 3.1 Prinsip

Ion sulfat ( $\text{SO}_4^{2-}$ ) dalam suasana asam bereaksi dengan barium klorida ( $\text{BaCl}_2$ ) membentuk kristal barium sulfat ( $\text{BaSO}_4$ ) yang serba sama. Sinar yang diserap oleh suspensi barium sulfat diukur dengan fotometer dan kadar sulfat dihitung secara perbandingan pembacaan dengan kurva kalibrasi.



### 3.2 Bahan

- a) air bebas mineral;
- b) kertas saring;
- c) barium klorida kristal ( $\text{BaCl}_2$ );
- d) larutan baku sulfat  $100 \text{ mg SO}_4^{2-}/\text{L}$  ( $1 \text{ mL} = 100 \text{ } \mu\text{g SO}_4^{2-}$ );  
Larutkan  $0,1479 \text{ g}$  natrium sulfat ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ) anhidrat dalam air bebas mineral dan encerkan sampai  $1000 \text{ mL}$ .
- e) larutan *buffer* A;  
Larutkan  $30 \text{ g}$  magnesium klorida heksahidrat ( $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ),  $5 \text{ g}$  natrium asetat trihidrat ( $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ),  $1 \text{ g}$  kalium nitrat ( $\text{KNO}_3$ ), dan  $20 \text{ mL}$  asam asetat pekat ( $\text{CH}_3\text{COOH}$  99%) dalam  $500 \text{ mL}$  air bebas mineral dan tepatkan sampai  $1000 \text{ mL}$ .
- f) larutan *buffer* B.  
Larutkan  $30 \text{ g}$  magnesium klorida heksa hidrat ( $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ),  $5 \text{ g}$  natrium asetat trihidrat ( $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ),  $1 \text{ g}$  kalium nitrat ( $\text{KNO}_3$ ),  $0,111 \text{ g}$  natrium sulfat anhidrat, dan  $20 \text{ mL}$  asam asetat pekat ( $\text{CH}_3\text{COOH}$  99%) dalam  $500 \text{ mL}$  air bebas mineral dan tepatkan sampai  $1000 \text{ mL}$ .

**CATATAN 1** Suspensi turbiditas ( $\text{BaSO}_4$ ) serba sama terbentuk dengan kristal  $\text{BaCl}_2$  berukuran 20 mesh sampai 30 mesh.

**CATATAN 2** Larutan *buffer* B diperlukan apabila kadar sulfat dalam contoh uji lebih kecil dari  $5 \text{ mg SO}_4^{2-}/\text{L}$ .

### 3.3 Peralatan

- a) spektrofotometer, digunakan pada panjang gelombang  $420 \text{ nm}$  dengan ukuran kuvet (*light path*)  $1 \text{ cm}$  atau  $2,5 \text{ cm}$  sampai  $10 \text{ cm}$  atau Nepelometer (turbidimeter);
- b) labu ukur  $100,0 \text{ mL}$  dan  $1000,0 \text{ mL}$ ;
- c) pipet volumetrik  $5,0 \text{ mL}$ ;  $10,0 \text{ mL}$ ;  $15,0 \text{ mL}$ ;  $20,0 \text{ mL}$ ;  $25,0 \text{ mL}$  dan  $50,0 \text{ mL}$ ;
- d) labu *Erlenmeyer*  $250 \text{ mL}$  atau gelas piala  $250 \text{ mL}$ ;
- e) *stopwatch*;
- f) *magnetic stirrer* atau alat pengaduk mekanis;
- g) sendok penakar kapasitas  $0,2 \text{ mL}$  sampai  $0,3 \text{ mL}$ ; dan
- h) timbangan analitik dengan ketelitian  $0,1 \text{ mg}$ .

### 3.4 Persiapan dan pengawetan contoh uji

- a) Saring contoh uji untuk menghilangkan zat tersuspensi dengan kertas saring.
- b) Apabila contoh uji tidak dapat segera dianalisis, simpan contoh uji pada suhu  $4^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$  dengan waktu simpan tidak lebih dari 28 hari.

### 3.5 Persiapan pengujian

#### 3.5.1 Pembuatan larutan kerja sulfat

Buat deret larutan kerja dari larutan baku sulfat dengan 1 (satu) blanko dan minimal 3 (tiga) kadar yang berbeda secara proporsional dan berada pada rentang pengukuran.

#### 3.5.2 Pembuatan kurva kalibrasi

- a) operasionalkan dan optimalkan spektrofotometer atau turbidimeter sesuai dengan petunjuk penggunaan alat;



- b) pindahkan masing-masing 100 mL larutan kerja ke dalam labu *Erlenmeyer* 250 mL atau gelas piala 250 mL;
- c) tambahkan 20 mL larutan *buffer* A, aduk dengan alat pengaduk pada kecepatan konstan. Selama pengadukan tambahkan 1 (satu) sendok takar kristal  $\text{BaCl}_2$ , pengadukan diteruskan selama  $60 \pm 2$  detik terhitung dari penambahan  $\text{BaCl}_2$ ;
- d) ukur serapannya dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 420 nm atau ukur turbiditasnya dengan turbidimeter pada waktu  $5 \pm 0,5$  menit;
- e) buat kurva kalibrasi atau tentukan persamaan garis regresinya.

**CATATAN** Perhatikan waktu pengadukan dan waktu pengukuran serapan atau turbiditasnya setelah penambahan  $\text{BaCl}_2$ . Hal ini berlaku pula pada prosedur pengukuran contoh uji (langkah 3.6).

### 3.6 Prosedur

- a) pipet 100 mL contoh uji atau sejumlah contoh uji yang telah diencerkan menjadi 100 mL, masukkan ke dalam labu *Erlenmeyer* 250 mL atau gelas piala 250 mL;
- b) tambahkan 20 mL larutan *buffer* A, aduk dengan alat pengaduk pada kecepatan konstan. Selama pengadukan tambahkan 1 (satu) sendok takar kristal  $\text{BaCl}_2$ , pengadukan diteruskan selama  $60 \pm 2$  detik terhitung dari penambahan  $\text{BaCl}_2$ ;
- c) ukur serapannya dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 420 nm atau ukur turbiditasnya dengan turbidimeter pada waktu  $5 \pm 0,5$  menit;
- d) catat serapannya atau turbiditasnya;

**CATATAN 1** Bila contoh uji berwarna dan keruh, lakukan langkah 3.6 a) sampai d) tanpa penambahan kristal  $\text{BaCl}_2$ .

**CATATAN 2** Bila kadar contoh uji hasil pengukuran lebih kecil dari 5 mg  $\text{SO}_4^{2-}/\text{L}$ , ulangi langkah 3.5.2 dan 3.6 dengan menggunakan larutan *buffer* B.

### 3.7 Perhitungan

$$\text{Kadar sulfat (mg SO}_4^{2-}/\text{L)} = C \times f \quad (1)$$

**Keterangan:**

C adalah kadar sulfat yang diperoleh dari kurva kalibrasi, dinyatakan dalam miligram per liter (mg/L);  
f adalah faktor pengenceran.

**CATATAN** Apabila dilakukan koreksi terhadap warna atau turbiditas, kadar  $\text{SO}_4^{2-}$  dihitung langsung dari kurva kalibrasi setelah serapan atau turbiditas contoh uji dikoreksi dengan mengurangi serapan atau turbiditas contoh uji tanpa penambahan  $\text{BaCl}_2$ .

## 4 Pengendalian mutu

- a) Gunakan bahan kimia dengan kualitas pro analisa (p.a).
- b) Gunakan peralatan gelas bebas kontaminasi.
- c) Gunakan alat ukur yang telah dikalibrasi.
- d) Dikerjakan oleh analis yang kompeten.
- e) Lakukan analisis dalam jangka waktu yang tidak melampaui batas penyimpanan maksimum.
- f) Koefisien korelasi (r) lebih besar atau sama dengan 0,995.
- g) Periksa kepercayaan kurva kalibrasi dengan pengukuran larutan standar kerja dengan frekuensi 5% – 10% dari jumlah contoh uji atau 1 (satu) kali jika jumlah contoh uji kurang dari 10.
- h) Lakukan analisis duplo untuk kontrol ketelitian dengan frekuensi 5% sampai 10% dari jumlah contoh uji atau 1 (satu) kali jika jumlah contoh uji kurang dari 10. Jika relatif



persen deviasi (*Relative Percent Difference*, RPD) lebih besar atau sama dengan 10%, lakukan pengukuran ketiga untuk mendapatkan RPD kurang dari 10%.

Persen RPD

$$\%RPD = \left| \frac{\text{hasil pengukuran} - \text{duplikat pengukuran}}{(\text{hasil pengukuran} + \text{duplikat pengukuran})/2} \right| \times 100\% \quad (2)$$

- i) Lakukan analisis *spike matrix* untuk kontrol akurasi dengan frekuensi 5% sampai 10% dari jumlah contoh uji atau 1 (satu) kali jika jumlah contoh uji kurang dari 10. Kisaran persen temu balik (*recovery*) antara 90% sampai 110%.

Persen temu balik (% *recovery*, %R)

$$\%R = \left( \frac{A - B}{C} \right) \times 100\% \quad (3)$$

**Keterangan:**

- A adalah kadar contoh uji yang di *spike*, dinyatakan dalam miligram per liter (mg/L);  
 B adalah kadar contoh uji yang tidak di *spike*, dinyatakan dalam miligram per liter (mg/L);  
 C adalah kadar standar yang di-*spike*-kan (*target value*), dinyatakan dalam miligram per liter (mg/L).

## 5 Presisi dan bias

Standar ini telah melalui uji banding metode dengan peserta 12 laboratorium pada kadar 19,9 mg SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>/L dengan tingkat presisi (%RSD) 5,4% dan akurasi (bias metode) 0,3%.

## 6 Rekomendasi

6.1 Untuk kontrol akurasi lakukan salah satu cara sebagai berikut:

- Analisis CRM (*Certified Reference Material*) dengan kisaran temu balik antara 90% sampai 110% atau sesuai dengan kriteria dalam sertifikat CRM.
- Analisis *blind sample* dengan kisaran temu balik antara 90% sampai 110%.

6.2 Buat kartu kendali (*control chart*) untuk akurasi dan presisi.



**Lampiran A**  
(normatif)  
**Pelaporan**

Catat pada buku kerja hal-hal sebagai berikut:

- 1) Parameter yang dianalisis.
- 2) Nama analis dan tanda tangan.
- 3) Tanggal analisis.
- 4) Rekaman hasil pengukuran duplo dan triplo.
- 5) Rekaman kurva kalibrasi.
- 6) Nomor contoh uji.
- 7) Tanggal penerimaan contoh uji.
- 8) Rekaman hasil perhitungan.
- 9) Hasil pengukuran persen temu balik *spike matrix* atau standar kerja dan CRM atau *blind sample* (bila dilakukan).
- 10) Kadar analit dalam contoh uji.





**Lampiran B**  
(informatif)  
**Gangguan**

Beberapa gangguan yang timbul pada metode ini antara lain:

- B.1 Warna atau zat tersuspensi dalam jumlah besar akan mengganggu. Beberapa zat tersuspensi dapat dihilangkan dengan penyaringan. Apabila keduanya dalam jumlah kecil dibandingkan dengan kadar  $\text{SO}_4^{2-}$ , lakukan koreksi untuk gangguan tersebut.
- B.2 Silika dengan kadar 500 mg/L akan mengganggu.
- B.3 Bahan organik dalam jumlah besar akan mengganggu karena tidak memungkinkan pengendapan  $\text{BaSO}_4$ .
- B.4 Variasi suhu ruang diatas kisaran 10°C tidak akan menyebabkan kesalahan berarti.





## Bibliografi

*Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater 21<sup>th</sup> Edition, 2005, 4500-SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>E. Turbidimetric.*

Komite Akreditasi Nasional, SR 02, Persyaratan tambahan untuk akreditasi laboratorium pengujian kimia dan biologi, 2004.























**BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN**  
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4  
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270  
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : [bsn@bsn.go.id](mailto:bsn@bsn.go.id)